

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2002-47559

(P2002-47559A)

(43)公開日 平成14年2月15日(2002.2.15)

(51)Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テームト [*] (参考)
C 2 3 C 14/08		C 2 3 C 14/08	D 4 K 0 2 9
H 0 1 B 13/00	5 0 3	H 0 1 B 13/00	5 0 3 B 5 G 3 0 7
H 0 5 H 1/24		H 0 5 H 1/24	5 G 3 2 3
// H 0 1 B 5/14		H 0 1 B 5/14	A

審査請求 未請求 請求項の数10 O L (全 6 頁)

(21)出願番号 特願2000-230457(P2000-230457)

(22)出願日 平成12年7月31日(2000.7.31)

(71)出願人 000002107

住友重機械工業株式会社

東京都品川区北品川五丁目9番11号

(72)発明者 筑後 了治

愛媛県新居浜市惣開町5番2号 住友重機械工業株式会社新居浜製造所内

(72)発明者 酒見 俊之

愛媛県新居浜市惣開町5番2号 住友重機械工業株式会社新居浜製造所内

(74)代理人 100071272

弁理士 後藤 洋介 (外1名)

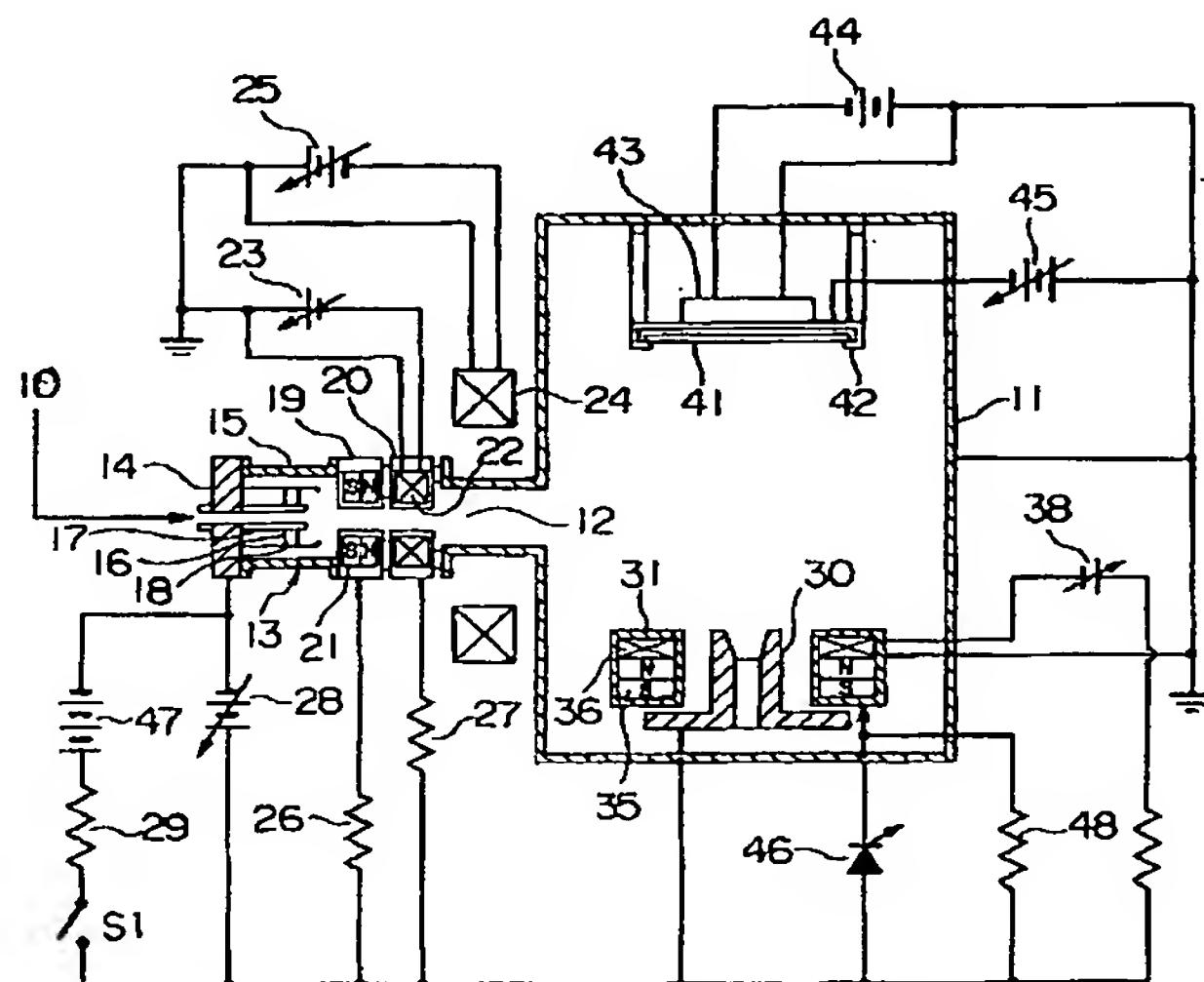
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 ITO膜及びその成膜方法

(57)【要約】

【課題】 研磨のような新たな製造工程を経ること無く表面粗さ(Ra)が1nm以下であるITO膜を提供すること。

【解決手段】 プラズマビーム発生源と、真空容器内に配置されプラズマビームの入射面を持つハースとを含み、前記ハースの近傍に該ハースの中心軸に対して同心的に配置された環状永久磁石により定常磁界を形成し、前記ハースの中心軸に対して同心的に配置された電磁コイルにより調整磁界を前記定常磁界に重畳して前記ハースの近傍の磁場を変化させ、前記プラズマビーム発生源からのプラズマビームを前記ハースに收容されたITO膜成膜用の蒸発材料に導いて基板上にITO膜を成膜するイオンプレーティング法により製造され、比抵抗 $4\mu\Omega\text{m}$ 以下、平均表面粗さ(Ra)1nm以下であることを特徴とするITO膜。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 プラズマビーム発生源と、真空容器内に配置されプラズマビームの入射面を持つハースとを含み、前記ハースの近傍に該ハースの中心軸に対して同心的に配置された環状永久磁石により定常磁界を形成し、前記ハースの中心軸に対して同心的に配置された電磁コイルにより調整磁界を前記定常磁界に重畳して前記ハースの近傍の磁場を変化させ、前記プラズマビーム発生源からのプラズマビームを前記ハースに收容されたITO膜成膜用の蒸発材料に導いて基板上にITO膜を成膜するイオンプレーティング法により成膜され、比抵抗 $4\mu\Omega\text{m}$ 以下、平均表面粗さ(Ra) 1nm 以下であることを特徴とするITO膜。

【請求項2】 請求項1記載のITO膜において、前記基板の温度を 150°C 以上とすることにより比抵抗 $1.5\mu\Omega\text{m}$ 以下、平均表面粗さ(Ra) 1nm 以下であることを特徴とするITO膜。

【請求項3】 請求項1記載のITO膜において、前記基板の温度を 100°C 以下とすることにより、平均表面粗さ(Ra) 0.5nm 以下のアモルファス膜として成膜されたことを特徴とするITO膜。

【請求項4】 請求項3記載のITO膜において、前記アモルファス膜に対して 150°C 以上で熱処理を行うことにより結晶化させ、平均表面粗さ(Ra) 0.5nm 以下でしかも比抵抗を小さくしたことを特徴とするITO膜。

【請求項5】 請求項1記載のITO膜において、前記基板上にはあらかじめイオンプレーティング法あるいはスパッタリング法により SiO_2 膜が形成されており、平均表面粗さ(Ra) 1nm 以下で前記 SiO_2 膜上に形成されていることを特徴とするITO膜。

【請求項6】 プラズマビーム発生源と、真空容器内に配置されプラズマビームの入射面を持つハースとを含み、前記ハースの近傍に該ハースの中心軸に対して同心的に配置された環状永久磁石により定常磁界を形成し、前記ハースの中心軸に対して同心的に配置された電磁コイルにより調整磁界を前記定常磁界に重畳して前記ハースの近傍の磁場を変化させ、前記プラズマビーム発生源からのプラズマビームを前記ハースに收容されたITO膜成膜用の蒸発材料に導いて基板上にITO膜を成膜するイオンプレーティング法により、比抵抗 $4\mu\Omega\text{m}$ 以下、平均表面粗さ(Ra) 1nm 以下のITO膜を成膜することを特徴とするITO膜の成膜方法。

【請求項7】 請求項6記載の成膜方法において、前記基板の温度を 150°C 以上とすることにより比抵抗 $1.5\mu\Omega\text{m}$ 以下、平均表面粗さ(Ra) 1nm 以下のITO膜を成膜することを特徴とするITO膜の成膜方法。

【請求項8】 請求項6記載の成膜方法において、前記基板の温度を 100°C 以下とすることにより、平均表面粗さ(Ra) 0.5nm 以下のアモルファス膜を成膜す

ることを特徴とするITO膜の成膜方法。

【請求項9】 請求項8記載の成膜方法において、前記アモルファス膜に対して 150°C 以上で熱処理を行うことにより結晶化させ、平均表面粗さ(Ra) 0.5nm 以下でしかも比抵抗を小さくしたことを特徴とするITO膜の成膜方法。

【請求項10】 請求項6記載の成膜方法において、前記基板上にはあらかじめイオンプレーティング法あるいはスパッタリング法により SiO_2 膜が形成されており、平均表面粗さ(Ra) 1nm 以下で前記 SiO_2 膜上にITO膜を成膜することを特徴とするITO膜の成膜方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明はITO膜及びその成膜方法に関し、特に改善された表面粗さを持つITO膜及びその成膜方法に関する。

【0002】

【従来の技術】電気光学部品や表示素子、例えば有機ELディスプレイの電極に用いられる透明電極膜に要求される特性には、比抵抗が小さいこと、膜表面が平坦であること、可視光透過率が高いこと等があげられる。

【0003】この種の透明電極膜には様々な種類があるが、最近ではITO膜が注目を集めている。ITO膜を、有機ELディスプレイ用の透明電極膜として用いる場合、ITO膜の表面形態を平坦にすることで局所的な電界集中による異常放電を予防し、ブラックアウトの発生を抑制することができる。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】一般に、ITO膜の成膜に用いられる手法であるスパッタリング法で成膜されたITO膜の平均表面粗さ(Ra)は 3nm 程度である。これはスパッタリング法では、結晶の成長速度が異なり、また結晶の方向性が悪いことにより、微細な段差ができてしまうからであると考えられる。しかし、この程度の表面粗さでは有機ELディスプレイの高寿命化に問題がある。そこで、一部にはITO膜を成膜後、研磨を行って 1nm 程度の表面粗さを得ることも行われている。しかし、研磨を行うことは製造工程が増えることを意味する。

【0005】そこで、本発明の課題は、研磨のような新たな製造工程を経ること無く表面粗さ(Ra)が 1nm 以下であるITO膜を提供することにある。

【0006】本発明の他の課題は、上記のITO膜を成膜できる成膜方法を提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明によれば、プラズマビーム発生源と、真空容器内に配置されプラズマビームの入射面を持つハースとを含み、前記ハースの近傍に該ハースの中心軸に対して同心的に配置された環状永久

磁石により定常磁界を形成し、前記ハースの中心軸に対して同心的に配置された電磁コイルにより調整磁界を前記定常磁界に重畳して前記ハースの近傍の磁場を変化させ、前記プラズマビーム発生源からのプラズマビームを前記ハースに收容されたITO膜成膜用の蒸発材料に導いて基板上にITO膜を成膜するイオンプレーティング法により成膜され、比抵抗 $4\mu\Omega\text{m}$ 以下、平均表面粗さ(Ra) 1nm以下であることを特徴とするITO膜が提供される。

【0008】なお、前記基板の温度を 150°C 以上とすることにより比抵抗 $1.5\mu\Omega\text{m}$ 以下、平均表面粗さ(Ra) 1nm以下であることを特徴とするITO膜が得られる。

【0009】また、前記基板の温度を 100°C 以下とすることにより、平均表面粗さ(Ra) 0.5nm以下のアモルファス膜として成膜されたことを特徴とするITO膜が得られる。

【0010】更に、上記のアモルファス膜に対して 150°C 以上で熱処理を行うことにより結晶化させ、平均表面粗さ(Ra) 0.5nm以下でしかも比抵抗を小さくしたことを特徴とするITO膜が得られる。

【0011】更に、前記基板上にはあらかじめイオンプレーティング法あるいはスパッタリング法により SiO_2 膜が形成されており、平均表面粗さ(Ra) 1nm以下で前記 SiO_2 膜上に形成されていることを特徴とするITO膜が得られる。

【0012】本発明によればまた、プラズマビーム発生源と、真空容器内に配置されプラズマビームの入射面を持つハースとを含み、前記ハースの近傍に該ハースの中心軸に対して同心的に配置された環状永久磁石により定常磁界を形成し、前記ハースの中心軸に対して同心的に配置された電磁コイルにより調整磁界を前記定常磁界に重畳して前記ハースの近傍の磁場を変化させ、前記プラズマビーム発生源からのプラズマビームを前記ハースに收容されたITO膜成膜用の蒸発材料に導いて基板上にITO膜を成膜するイオンプレーティング法により、比抵抗 $4\mu\Omega\text{m}$ 以下、平均表面粗さ(Ra) 1nm以下のITO膜を成膜することを特徴とするITO膜の成膜方法が提供される。

【0013】本成膜方法においては、前記基板の温度を 150°C 以上とすることにより比抵抗 $1.5\mu\Omega\text{m}$ 以下、平均表面粗さ(Ra) 1nm以下のITO膜を成膜することができる。

【0014】本成膜方法においてはまた、前記基板の温度を 100°C 以下とすることにより、平均表面粗さ(Ra) 0.5nm以下のアモルファス膜を成膜することができる。

【0015】なお、上記のアモルファス膜に対して 150°C 以上で熱処理を行うことにより結晶化させ、平均表面粗さ(Ra) 0.5nm以下でしかも比抵抗を小さく

することができる。

【0016】本成膜方法においては、前記基板上にあらかじめイオンプレーティング法あるいはスパッタリング法により SiO_2 膜が形成されている場合、平均表面粗さ(Ra) 1nm以下で前記 SiO_2 膜上にITO膜を成膜することができる。

【0017】

【発明の実施の形態】図1を参照して、本発明が適用されるイオンプレーティング装置について説明する。図1において、真空容器11の側壁に設けられた筒状部12には圧力勾配型のプラズマビーム発生器13が装着されている。プラズマビーム発生器13は、陰極14により一端が閉塞されたガラス管15を備えている。このガラス管15内では、LaB₆による円盤16、タンタルTaによるパイプ17を内蔵したモリブデンMoによる円筒18が陰極14に固定されている。パイプ17は、アルゴンAr、ヘリウムHe等の不活性ガスからなるキャリアガス10をプラズマビーム発生器13内に導入するためのものである。キャリアガス10に加えて、本形態では酸素ガスが導入される。

【0018】ガラス管15の陰極14と反対側の端部と筒状部12との間には、第1、第2の中間電極19、20が同心的に配置されている。第1の中間電極(第1のグリッド)19内にはプラズマビームを収束するための環状永久磁石21が内蔵されている。第2の中間電極20(第2のグリッド)内にもプラズマビームを収束するための電磁石コイル22が内蔵されている。この電磁石コイル22は電源23から給電される。

【0019】プラズマビーム発生器13が装着された筒状部12の周囲には、プラズマビームを真空容器11内に導くステアリングコイル24が設けられている。このステアリングコイル24はステアリングコイル用の電源25により励磁される。陰極14と第1、第2の中間電極19、20との間にはそれぞれ、垂下抵抗器26、27を介して、可変電圧型の主電源28が接続されている。

【0020】図2をも参照して、真空容器11の内側の底部に、主ハース30とその周囲に配置された環状の補助ハース(補助陽極)31が設置されている。主ハース30は、筒状のハース本体33により構成され、プラズマビーム発生器13からのプラズマビームが入射する凹部33aを有している。ハース本体33の貫通孔にはITO(インジウムスズ酸化物)タブレットのような蒸発物質32を収納している。補助ハース31は、環状の容器34により構成されている。容器34内には環状のフェライト磁石35と同心的に積層されたハースコイル36が収納されている。主ハース30及び補助ハース31はいずれも熱伝導率の良い導電性材料、例えば、銅が使用される。主ハース30に対して補助ハース31は、絶縁物を介して取り付けられている。また、主ハース3

0と補助ハース31は、抵抗48を介して接続されている。主ハース30は、主電源28の正側に接続されている。従って、主ハース30は、プラズマビーム発生器13に対してそのプラズマビームが吸引される陽極を構成している。

【0021】補助ハース31内のハースコイル36は電磁石を構成し、導線37により、図1に示されたハースコイル電源38から給電される。この場合、励磁されたハースコイル36における中心側の磁界の向きは、フェライト磁石35により発生する中心側の磁界と同じ向きになるように構成される。ハースコイル電源38は可変電源であり、電圧を変化させることにより、ハースコイル36に供給する電流を変化できる。主ハース30及び補助ハース31にはそれぞれ、図2に示されるように、冷却水配管39、40により冷却水が流れるように供給されている。なお、補助ハース31においては冷却水を供給する配管のみを示し、冷却水を排出する配管は図示を省略している。

【0022】図1に戻って、真空容器11の内部にはまた、主ハース30の上部に蒸発粒子が蒸着される基板41を保持するための基板ホルダ42が設けられている。基板ホルダ42にはヒータ43や冷却部（図示せず）が設けられている。ヒータ43はヒータ電源44から給電されている。冷却部は、冷却源として冷却水を用い、冷却水の循環経路を備えている。基板ホルダ42は、真空容器11に対しては電氣的に絶縁支持されている。真空容器11と基板ホルダ42との間にはバイアス電源45が接続されている。このことにより、基板ホルダ42はゼロ電位に接続された真空容器11に対して負電位にバイアスされている。補助ハース31はハース切り替えスイッチ46を介して主電源28の正側に接続されている。主電源28には、これと並列に垂下抵抗器29と補助放電電源47とがスイッチS1を介して接続されている。

【0023】このイオンプレーティング装置においては、プラズマビーム発生器13の陰極と真空容器11内の主ハース30との間で放電が生じ、これによりプラズマビーム（図示せず）が形成される。このプラズマビームはステアリングコイル24と補助ハース31内のフェライト磁石35により決定される磁界に案内されて主ハース30に到達する。主ハース30に収納された蒸発物質32はプラズマビームにより加熱されて蒸発する。この蒸発粒子はプラズマビームによりイオン化され、負電圧が印加された基板41の表面に付着し、ITO膜が形成される。

【0024】なお、フェライト磁石35と同心的に積層されたハースコイル36に供給する電流を変化させることにより、基板41の表面上の膜厚分布と被膜形成の速度を調整することができる。フェライト磁石35とハースコイル36との位置関係は図1に示される関係と上下

逆であっても良いし、フェライト磁石35の磁極の向きも図1に示される向きと逆であっても良い。

【0025】本形態では、上記のイオンプレーティング装置によりITOを蒸発材料として、酸素ガスを供給しながら基板41上にITO膜の成膜を行う。そして、成膜条件の制御により、比抵抗 $4\mu\Omega\text{m}$ 以下で、表面粗さ(Ra)1nm以下のITO膜を作成できる。

【0026】例えば、基板温度 150°C 以上で成膜を行うと、比抵抗 $1.5\mu\Omega\text{m}$ 以下で、表面粗さ(Ra)1nm以下のITO膜を作成できる。

【0027】また、基板温度 100°C 以下で成膜すると、比抵抗 $4\mu\Omega\text{m}$ 以下で、表面粗さ(Ra)0.5nm以下のアモルファス膜をITO膜として作成できる。

【0028】なお、基板温度 100°C 以下でアモルファス膜を成膜した後、熱処理することで結晶化させることにより、比抵抗 $2.5\mu\Omega\text{m}$ 以下で、表面粗さ(Ra)0.5nm以下のITO膜を作成できる。これは、比抵抗は、基板41の温度が高いほど小さくなるからである。

【0029】以下に、本発明の実施例について説明する。

【0030】（実施例1）上記のイオンプレーティング装置において、真空容器11内の圧力 $3\times 10^{-3}\text{Torr}$ 、酸素ガスの分圧 $3\times 10^{-4}\text{Torr}$ 、放電電流150A、基板温度 200°C でガラス基板上に150nm厚のITO膜を成膜した。この時、比抵抗 $1.4\mu\Omega\text{m}$ 、表面粗さ(Ra)0.67nm（但し、原子間力顕微鏡(AFM)にて測定）が得られた。

【0031】（実施例2）上記のイオンプレーティング装置において、真空容器11内の圧力 $3\times 10^{-3}\text{Torr}$ 、酸素ガスの分圧 $3\times 10^{-4}\text{Torr}$ 、放電電流150A、基板温度 60°C でガラス基板上に150nm厚のITO膜を成膜した。この場合に得られる膜はアモルファス膜である。この時、比抵抗 $4\mu\Omega\text{m}$ 、表面粗さ(Ra)0.15nm（但し、原子間力顕微鏡(AFM)にて測定）が得られた。

【0032】（実施例3）上記のイオンプレーティング装置において、放電電流150A、基板温度 60°C でガラス基板上に150nm厚のアモルファス膜によるITO膜を成膜後、 200°C で30分間熱処理を行ってアモルファス膜を結晶化させた。この時、比抵抗 $2.1\mu\Omega\text{m}$ 、表面粗さ(Ra)0.15nm（但し、原子間力顕微鏡(AFM)にて測定）が得られた。

【0033】なお、上記の実施例3における熱処理は、ヒータ43を使用して真空容器11内で行うこともできるし、真空容器11から取出して別のアニール装置で行うようにしても良い。あるいはまた、真空容器11に隣接して次の工程のための処理装置が設けられる場合には、これらの真空容器11と処理装置とが大気とシールされた通路を通して行われることが多いので、この通路

中において熱処理を行うこともできる。

【0034】更に、上記の実施例2、3では、水を 2×10^{-5} Torrで添加することにより、表面粗さを改善することができる。これは、アモルファス膜中には微細結晶ができることがあり、これが表面粗さに悪影響を及ぼすが、このような微細結晶は水の添加により無くなるからである。

【0035】本発明において表面粗さ1nm以下の平坦な膜が得られる理由は、以下のことと関連していると思われる。プラズマビーム発生器13と周囲にフェライト磁石35とハースコイル36を組み合わせた補助陽極を配置したハースによるイオンプレーティング法では、蒸発粒子のイオン化率が非常に高く、すなわちITO蒸発材料は大部分がInイオン、Snイオン、酸素イオンとなり、これらのイオンの多くは主ハース電位（具体的には成膜条件によって異なるが20V程度）に相当する電位で加速され、高い、そして比較的均一なエネルギーをもって基板41にたたき込まれると考えられる。これが緻密で平坦な膜が得られる要因と推測される。基板41が150℃以上の高温の時は結晶の配向性がきわめて良い膜が得られている。配向性がきわめて良いことが多結晶膜にかかわらず平坦性が良い要因と思われる。

【0036】上記実施例はいずれもガラス基板上にITO膜を成膜する場合であるが、基板がプラスチック基板である場合も適用可能である。このとき基板は100℃以上に加熱することは通常好ましくないので、主に実施例2によるITO成膜条件が適用される。プラスチック基板を用いるときは、図3のようにプラスチック基板51上にはじめにSiO₂膜52が形成され（基板に水やガスの遮蔽性を付与し、また基板表面の平滑性を高めるため）、この上にITO膜53を形成することが好ましい。この場合のITO膜53は、平均表面粗さ(Ra)

1nm以下が得られる。なお、ガラス基板においてもはじめにSiO₂膜を形成することが好ましい場合もある。SiO₂膜の成膜は周知のスパッタリング法、イオンプレーティング法のいずれで行われても良い。

【0037】

【発明の効果】本発明によれば、研磨のような新たな製造工程を経ること無く表面粗さ(Ra)が1nm以下であるITO膜を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明が適用されるイオンプレーティング装置の構成を示した図である。

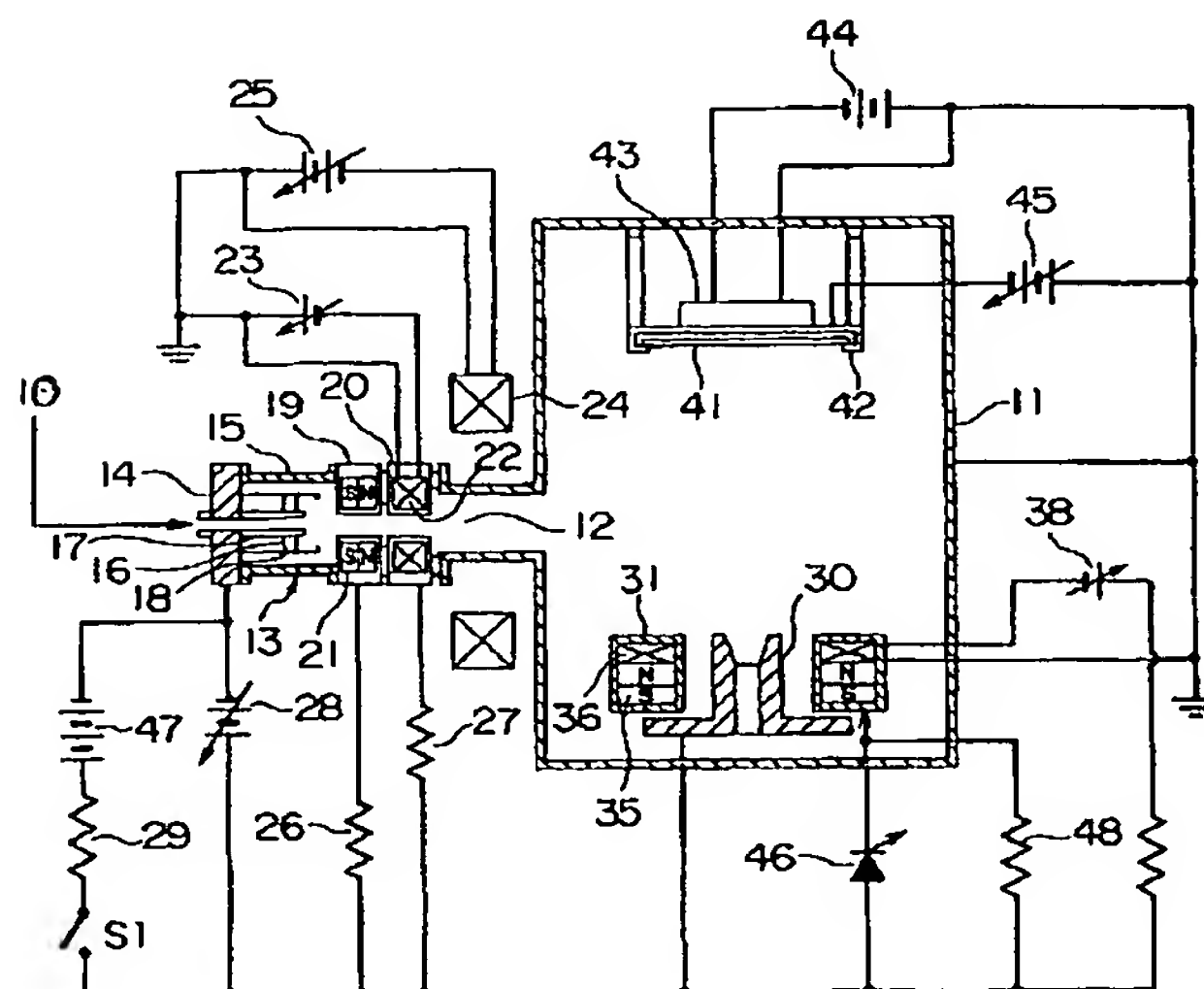
【図2】図1に示された主ハースとその周囲に配置される補助ハースの内部構造を示した図である。

【図3】本発明によりプラスチック基板にITO膜を形成した場合の断面図である。

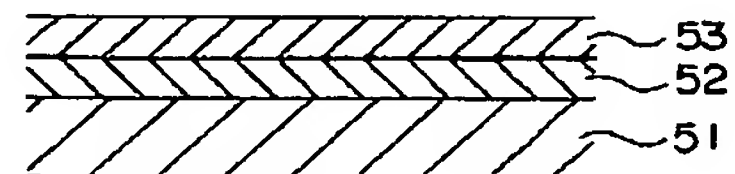
【符号の説明】

10	キャリアガス
11	真空容器
13	プラズマビーム発生器
14	陰極
15	ガラス管
19	第1の中間電極
20	第2の中間電極
24	ステアリングコイル
28	主電源
30	主ハース
31	補助ハース
35	フェライト磁石
36	ハースコイル
51	プラスチック基板
52	SiO ₂ 膜
53	ITO膜

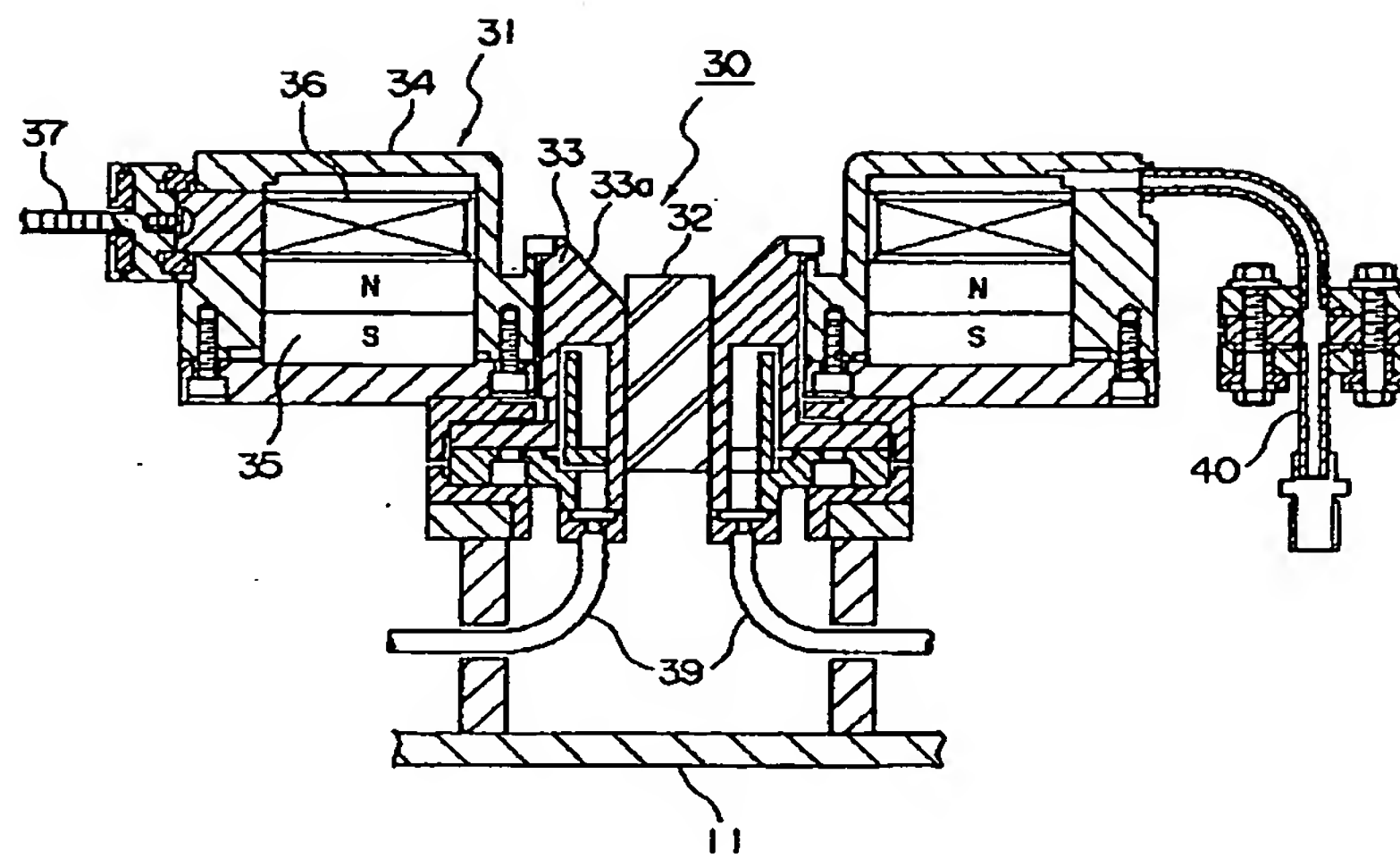
【図1】



【図3】



【図 2】



フロントページの続き

Fターム(参考) 4K029 BA45 BA46 BA50 BB02 BB10
BC09 CA05 DD05 GA01
5G307 FA01 FB01 FC03 FC10
5G323 BA02 BB04 BC03